

氏 名	舟木 克之
学 位 の 種 類	博士 (工学)
学 位 記 番 号	博甲第 9 4 6 号
学位授与の日付	平成 19 年 9 月 28 日
学位授与の要件	課程博士(学位規則第 4 条第 1 項)
学位授与の題目	複合組織化による高性能金属材料の創製とその強化メカニズムに関する研究
論文審査委員 (主査)	廣瀬 幸雄 (自然科学研究科・特任教授)
論文審査委員 (副査)	山越 憲一 (自然科学研究科・教授), 佐々木 敏彦 (教育学部・教授), 北川 和夫 (自然科学研究科・教授), 安達 正明 (自然科学研究科・教授)

## Abstract

In this study, for the purpose of development of superior new machine structure materials, the super spheroidal graphite cast iron which increased in strength and toughness drastically using by a modified austemper processing was developed. And also, preparation of SiC whisker reinforced aluminium, an internal stress behavior measurement by X-ray diffraction technique and X-ray fractography of fracture surfaces were conducted to investigate about the reinforcement mechanism of the composite.

Concerning the development of the super spheroidal graphite cast iron, from examination of behavior of non-transformation austenite ( $\gamma_R$ ), I devised the ausquench processing that combined in quick cooling and slight tempering for austemper process. This processing suggested possibility of superior cast iron products in high strength and toughness.

On the other hand, for examination about reinforcement mechanism of the composite, the influence that a dispersion of short fiber in matrix gave to the dynamic property was examined and considered the detection of microscopic inside fracture caused by mismatch of deformation behavior and phase strain of the both by the X-rays stress measurement using a profile fitting technique. Furthermore, X-ray fractography of this composite was effective for quantity analysis of fatigue fracture stress determination same as metal materials.

## 1. 研究の目的

強度と靱性に優れた新しい機械構造材料の開発を目的として、球状黒鉛鑄鉄のオーステンパ処理を利用した複合組織化とアルミニウム合金へのセラミック短繊維 (SiC ウィスカ) 複合強化技術に関する研究開発を行うとともに、その力学的特性についてX線材料強度学的見地から、その複合強化メカニズムについての検討を行う。

## 2. 内 容

本論文は、球状黒鉛鑄鉄の恒温変態やマルテンサイト変態を利用した複合組織化によって強度と靱性を飛躍的に高めたスーパー鑄物の開発、およびセラミック短繊維 (SiC ウィスカ) を複合化した MMC の製造や、X線回折による内部応力挙動計測と破面の X 線フラクトグラフィによって、その強化メカニズムについての研究をまとめたものであり、8章構成となっている。

以下に各章における主な内容について記述する。

第1章では、力学的性質の優れた機械構造材料が必要な理由とその強化方法として注目されている繊維強化や複合組織などの複合化における研究動向や課題について述べ、短繊維 MMC の強化機構や

破壊メカニズムに対する X 線材料強度学的研究を行う理由と、球状黒鉛鑄鉄の複合組織化による安価な高機能構造材料（スーパー鑄物）創製の考え方と可能性など、本研究方針の概略を説明した。

第 2 章では、引張強度の異なる 3 種類の鑄放し球状黒鉛鑄鉄について、下限界近傍における疲労き裂伝ば特性に及ぼす基地組織や黒鉛分布形態の影響を調べ、高強度球状黒鉛鑄鉄における耐久比の飽和現象について、黒鉛や基地組織等の微視組織の観点から材料強度学的にき裂伝ばメカニズムについて考察した。得られた結果は以下の通りである。

- (1) 球状黒鉛鑄鉄の疲労き裂伝ば試験の結果、基地の強さに応じて異なる挙動が観察された。強度の低い SG370 では鋼材と同様、第 I、II 領域で連続的なき裂伝ば挙動を示すものの、高強度な SG500、SG700 では第 I 領域近傍で  $\Delta K$  が減少しても  $da/dN$  が一定値となる不連続なき裂伝ば挙動が認められた。
- (2) この不連続なきき裂伝ば挙動を示す上限の応力レベルは、き裂先端に形成される繰返し塑性域中で黒鉛を含まなくなる  $\Delta K$  レベルと一致し、下限の応力レベルは、引張－圧縮変動域中で黒鉛が 1 個だけ含まれる  $\Delta K$  レベルと一致していた。また、連続的なき裂伝ば挙動を示した SG370 では、変動域中に複数個の黒鉛を含んだまま  $\Delta K_{th}$  に収束した。
- (3) 引張強度 500MPa 以上の高強度球状黒鉛鑄鉄に見られる耐久比の飽和現象は、黒鉛粒間隔と塑性降伏域寸法、黒鉛周囲での切り欠き感受性の相互関係により生ずるものと考えられた。

第 3 章では、オーステンパ処理球状黒鉛鑄鉄の製造技術に関して、合金元素である Si 含有量が ADI の強靱性に及ぼす影響、オーステンパ処理条件の影響、及びベイナイト変態過程における残留オーステナイト ( $\gamma_R$ ) への炭素濃化や量、内部ひずみ等の結晶的变化について X 線回折を用いて検討し、以下の知見が得られた。

- (1) ADI の機械的性質は Si 含有量にほとんど影響されないが、シャルピー吸収エネルギーは Si が 3.2～3.4% の時に最大値を示した。
- (2) ADI を 723K で 3.6ks ベイナイト化させた場合、673K 処理と硬さ、引張強度は変わらないが、伸びや衝撃吸収エネルギーが 1/5 以下に低下した。
- (3) 598K 及び 648K でベイナイト化させた ADI の衝撃吸収エネルギーは、処理時間 600s でも高い値を示すが、ADI 内部組織のひずみ緩和や  $\gamma_R$  への炭素濃化等の結晶的变化は、648K では 600s と速いが、598K では 2.4ks まで継続していた。

第 4 章では、短時間の恒温変態処理＋水焼入れ＋低温焼戻から成る複合熱処理法オースクエンチを考案し、ベイニティックフェライト ( $\alpha_B$ ) +  $\gamma_R$  + マルテンサイト ( $\alpha'$ ) の 3 相複合組織に調整したスーパーADI の製造を行い、高強度型 ADI の強度と靱性を同時に向上させることを見いだした。また、複合組織の定量評価を行うため、X 線回折波形の関数近似による波形分離を適用し、複合組織中の各相の構成量が改良 ADI の静的強度や靱性に対する影響について考察し、以下の知見が得られた。

- (1) 上部ベイナイト温度域でオースクエンチ処理した場合、同温度で 3.6ks オーステンパした ADI に比べて引張強さ、0.2% 耐力ともに向上するが、伸びは減少した。特に 598K で 900s 恒温変態させた場合では、0.2% 耐力 1080MPa、引張強さ 1370MPa、伸び 5.4% が得られた。また破壊靱性は、598K、1.2ks の恒温変態で  $81.2\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$  と ADI を上回る強靱性を示した。

- (2)  $\alpha_B + \alpha'$  複合組織の X 線回折波形を関数近似解析した結果、1 ピークよりも 2 ピークに近似計算した方が原波形に対する適合性は高く、この方法により AQDI 各相の体積率変化を調べた結果、598K で恒温変態させた場合、ADI の引張強さを上回る材質には  $\alpha_B$  中に  $\alpha'$  相が 30~10% 複合されていた。また、各相の変化は 1.8ks 以上ではほぼ一定となった。
- (3) 破壊靱性破面の解析結果より、AQDI の強靱化のメカニズムは硬質な  $\alpha'$  相による  $\alpha_B$  相の分散強化に起因するものと考えられ、黒鉛という応力集中源を内在する球状黒鉛鑄鉄の強化方法として理想的である。

第 5 章では、MMC における繊維の分散形態が力学的性質に及ぼす影響について検討するため、6061 アルミ合金中で SiC ウィスカの分散形態が異なる MMC を高圧鑄造法により作製し、その引張、疲労及び静的破壊靱性試験を行った。また、MMC に冷間圧延や押出加工の 2 次加工を行い、その機械的性質に及ぼす影響についても検討を加えた。その主な結果は以下の通りである。

- (1) 蒸留水、1% 界面活性剤添加蒸留水、メタノールを用いたプリフォームの作成過程において、使用した分散溶媒と SiC ウィスカとの親和性の大小により、MMC 組織中でウィスカの分散状態は大きく変化した。界面活性剤添加蒸留水ではスラリー中の凝集はまったく見られなかったが、メタノールではスラリー中で小さな凝集が若干見られたものの脱水性が良く、プリフォームのかさ密度は 1 割ほど高い値を示した。
- (2) MMC 中でのウィスカ分散の不均一さは不安定破壊に対するき裂進展抵抗に悪影響を与え、ウィスカが局部的に凝集した MMC では均一分散に比べ、引張強度及び破壊靱性が約 20% 低下した。
- (3) MMC を冷間圧延すると引張強度は圧延率とともに高くなり、圧延率が約 14% の時に引張強度が最高値を示し、それ以上の圧延率では減少に転じた。このことは、マトリックスの加工硬化と圧延に伴うウィスカの損傷によるアスペクト比の変化により説明できた。

第 6 章では、引張変形が加わった MMC の内部変形挙動を明らかにするため Al、SiC 両相に生じた応力を X 線回折でその場測定し、引張試験の応力-ひずみ線図やマイクロメカニクスによる理論計算値と比較した。Al 相と SiC 相の回折ピークが近接して現れる Fe-K  $\alpha$  線を用い、回折プロファイルのすそ野の重複をモデル関数を用いて波形分離することにより、MMC の相ひずみをパラッキ誤差が少なく測定できることを明らかにした。さらにウィスカとマトリックス界面における相ひずみの mismatch 挙動を利用して、MMC の微視的内部破壊の検出について考察し、以下の知見を得た。

- (1) 本供試材料においては、X 線で測定される Al 相の相応力は負荷ひずみの増加とともに直線的に増加する。一方、SiC 相では  $800 \times 10^{-6}$  以下の低ひずみ領域に相応力が一旦減少し、その後反転増加するという相応力が不安定な領域が存在する。
- (2) Al 相の弾性変形範囲において、SiC ウィスカ強化 MMC の相応力は球状介在物を多数含む二相材料に対する Eshelby /Mori-Tanaka モデルの理論解とほぼ一致し、MMC の内部ではクラスタ単位で変形していると思われる。
- (3) 母相とウィスカの弾性定数の違いにより界面に生じるひずみのミスフィットは、引張変形中の材料の損傷状況を反映しており、MMC の損傷状況を示すパラメータとして有効である。

第 7 章では、今後 MMC を構造材料として使用するために必要となる無特徴疲労破面に対する解析手法に X 線フラクトグラフィを適用して、多くの金属材料と同様に破壊応力の定量解析に有効である

ことを示すとともに、MMC の疲労破壊プロセスについて考察し、以下の知見を得た。

- (1) MMC のき裂進展特性の低下はウィスカ界面における微視的欠陥の形成によるものと考えられ、SiC ウィスカの体積率  $V_f$  の影響を考慮するパラメータとして  $\Delta K / (1 - V_f)$  を用いることで両者のき裂伝ば曲線は、 $1 \times 10^{-8} < da/dN < 2 \times 10^{-7} \text{m/cycle}$  の範囲で次式の直線で近似される。

$$da / dN = 3.8 \times 10^{-15} \left( \frac{\Delta K}{(1 - V_f)} \right)^8$$

- (2) Al/SiCw 複合材料の塑性域寸法  $\omega_y$  は、他の金属材料の X 線フラクトグラフィと同様、破面下の残留応力分布を計測することにより決定でき、 $\omega_y$  は  $K_{\max}$  を  $\sigma_{0.2}$  で除した値の関数として次式で表される。ここで  $\alpha$  は、Al/SiCw 複合材料で 0.13、6061-T6 アルミ合金で 0.185 であった。

$$\omega_y = \alpha \left( \frac{K_{\max}}{\sigma_{0.2}} \right)^2$$

- (3) 文献に公表されているアルミ合金<sup>18)</sup>や焼入鋼<sup>19)</sup>など種々のレベルの降伏応力を持つ金属材料の X 線フラクトグラフィにおける  $\alpha$  を  $\sigma_y$  と  $\sigma_{0.2}$  とで整理すると、0.2%耐力または降伏応力や材質に関係なく、 $\alpha$  は次式で直線回帰される。

$$\alpha = 0.15 \left( \frac{\sigma_{0.2}}{78.2 + 0.808 \sigma_{0.2}} \right)^2$$

第 8 章では、本研究で得られた事項について総括し、高強度かつ韌性に優れた鋳鉄材料製造の可能性を示唆するとともに、MMC の複合材料設計において重要な漸増引張変形下における強化相の内部応力挙動や弾性定数の違いに起因する界面ひずみのミスマッチ挙動について明らかにし、高性能構造材料開発に対する今後の展望を示した。

## 学位論文審査結果の要旨

平成 19 年 8 月 1 日に第 1 回学位論文審査委員会を開催し、提出された学位論文及び関係資料に基づき論文内容を詳細に検討した。さらに、平成 19 年 8 月 1 日に行われた口頭発表後に、第 2 回学位論文審査委員会を開き、協議の結果、以下のように判定した。

本論文は強度と靱性に優れた新しい機械構造材料の開発を目的として、球状黒鉛鑄鉄のオーステンパ処理を応用した複合組織化とアルミニウム合金へのセラミックス短繊維 (SiC ウィスカ) 複合強化による材料開発を課題に掲げ、その強化メカニズムについて X 線材料強度学的見地から、信頼性工学的なアプローチを独創的に行ったものである。先ず高強度球状黒鉛鑄鉄に関して、耐疲労強度の妨げになる耐久比の飽和現象の原因を基地組織や黒鉛分布状態等の微視組織の問題として捉え、疲労き裂進展特性やき裂先端の塑性域寸法からそのメカニズムを説明した。次いでオーステンパや焼入れ等の熱処理を組み合わせた鑄鉄基地の複合組織化法を開発し、高強度と高靱性を実現可能とした。その際、微細混相組織の X 線回折を用いた定量評価に波形分離を用いた新しい測定方法を提案した。また金属基複合材料に関する研究では、弾塑性変形下における内部相応力挙動について、X 線を用いて明らかにするとともに疲労破面の定量解析手法を提案した。これらの研究は上記材料の産業利用に直接関係し工学的に大きく貢献するものと確信する。

以上、本論文は、博士 (工学) の学位論文に値するものと判定する。